

⑮ BREVET D'INVENTION

PREMIÈRE ET UNIQUE
PUBLICATION

⑫② Date de dépôt 26 août 1970, à 14 h 15 mn.
Date de la décision de délivrance..... 13 mars 1972.
Publication de la délivrance B.O.P.I. — «Listes» n. 14 du 7-4-1972.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.) C 11 d 7/00//C 12 d 13/00.

⑦① Déposant : Société dite : COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, résidant aux États-Unis
d'Amérique.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Cabinet Lavoix, 2, place d'Estienne-d'Orves, Paris (9).

⑤④ Composition enzymatique pour le lavage de la vaisselle.

⑦② Invention de : Gerard Marcel Mouret.

③③ ③② ③① Priorité conventionnelle :

BEST AVAILABLE COPY

La présente invention est relative à un produit utilisable pour rincer et laver la vaisselle, les verres et l'argenterie, etc.. dans les machines automatiques à laver la vaisselle (dites ci-après "lave-vaisselle automatiques").

5 Les compositions qui sont utilisées dans les lave-vaisselle automatiques doivent remplir un certain nombre de conditions et se conformer à diverses normes pour être favorablement accueillies dans ce domaine. Par exemple, les compositions doivent fournir un nettoyage parfait et ne doivent pas provoquer de corrosion de métaux tels que
10 l'aluminium ni endommager les motifs décoratifs présents, comme sur-
glacure sur la porcelaine fine, ou ternir l'argenterie, ou tacher la
verrerie.

Les produits actuels, utilisés pour le lavage automatique de la vaisselle sont, d'une façon générale, des mélanges de silicate de
15 sodium, de phosphate de sodium et d'un agent tensio-actif peu moussant, par exemple un détergent non-ionique. Ces produits sont alcalins et, lorsqu'on les utilise régulièrement, peuvent provoquer des inconvénients tels que le décapage de la porcelaine, l'endommagement des sur-glacures et le ternissage de l'argenterie, particuliè-
20 rement lorsqu'on opère en présence d'un pH très alcalin, compris dans une gamme d'environ 10 à 12, par exemple.

On a également proposé d'inclure une enzyme amylolytique et, éventuellement, une enzyme protéolytique dans les compositions pour lavage automatique de la vaisselle. Cependant, un problème se pose,
25 du fait de la présence d'enzymes: c'est celui de l'odeur très indésirable qui peut exister après lavage avec des compositions contenant ces enzymes. En outre, d'une façon générale, les enzymes qui ont été utilisées ont une activité maximale entre 55 et 70°C, environ, et à un pH d'environ 8 à 10. Les compositions pour lavage auto-
30 matique de la vaisselle auxquelles elles sont incorporées peuvent atteindre un pH d'environ 11 à 12 à une dilution d'environ 1 à 3%, réduisant ainsi substantiellement l'activité de ces enzymes.

La présente invention fournit une composition avantageuse à utiliser pour le lavage de la vaisselle, composition qui nettoie à
35 fond l'argenterie et la porcelaine sans provoquer de corrosion importante, sans endommager la surglacure et sans tacher la verrerie.

La composition selon la présente invention est efficace dans les lave-vaisselle automatiques dans une gamme de pH acide à neutre

d'environ 6 à 7 et contient une enzyme amylolytique spécialement préparée et éventuellement une enzyme protéolytique, qui sont préparées par des modes opératoires particuliers à partir de pancréas d'animaux pour fournir des enzymes qui présentent leur activité désirable à un pH compris entre 6 et 7, environ.

Selon certains de ses aspects, l'invention est relative à une composition utilisable pour le lavage automatique de la vaisselle, qui contient un sel acide hydrosoluble de métal alcalin, un détergent non-ionique et de l'amylase obtenue à partir de pancréas d'animaux en congelant des pancréas d'animaux, notamment des pancréas de porcs, des pancréas d'agneau, etc., en réduisant les pancréas en particules ayant un diamètre d'environ 1 à 10mm et, mieux, d'environ 3 à 5mm, en agitant les particules de pancréas avec un alcool liquide de bas poids moléculaire, par exemple l'éthanol, en diluant à l'eau jusqu'à une concentration en alcool d'environ 30 à 70% en poids, en agitant et en filtrant pour recueillir l'extrait, en diluant l'extrait à l'eau, en agitant, en refroidissant à une température d'environ 0 à 5°C, obtenant ainsi une poudre d'amylase, et en séparant la poudre d'amylase ainsi obtenue, ladite composition ayant un pH d'environ 6 à 7 en solution à environ 1 à 3%, en poids, dans l'eau.

La composition selon l'invention peut avantageusement être utilisée dans les cycles de lavage et de rinçage du lavage automatique de la vaisselle. Il est préférable que la composition, au cours du cycle de lavage, contienne également la trypsine d'origine animale préparée de la manière décrite dans la demande de brevet en France N°70 07701 déposée par la Demanderesse le 4 Mars 1970, pour "Procédé de préparation d'enzymes et produits de lavage en contenant".

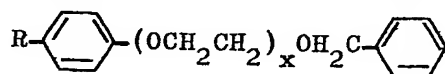
On prépare cette enzyme protéolytique en broyant finement des pancréas d'animaux, en particulier des pancréas de porcs, éventuellement avec d'autres substances intestinales qui ont été congelées immédiatement après l'abattage, en extrayant la substance par l'alcool méthylique ou éthylique, en traitant l'extrait par un solvant liquide insoluble dans l'eau, par exemple un alcool butylique tel que l'alcool n-butylique, ou un éther tel que l'éther diéthylique, en séparant les enzymes de la couche limpide ainsi obtenue, par précipitation à l'aide d'un solvant hydrosoluble qui est l'alcool méthylique ou éthylique, ou une cétone hydrosoluble, par exemple l'acétone, à une température inférieure à 10°C, et en recueillant l'enzyme.

On peut effectuer l'extraction en utilisant l'alcool méthylique ou éthylique par lui-même, ou à l'aide de l'alcool aqueux. Le solvant hydrosoluble utilisé pour précipiter l'enzyme peut être utilisé après ou en même temps que le traitement par le solvant insoluble dans l'eau. Le solvant hydrosoluble utilisé pour la précipitation peut être utilisé par lui-même ou, lorsqu'on l'utilise après le traitement par le solvant insoluble dans l'eau, en solution aqueuse.

Selon la présente invention, le sel acide de métal alcalin hydrosoluble utilisé dans la composition de lavage de la vaisselle peut être un sel de métal alcalin tel que le pyrophosphate acide de sodium, le bicarbonate de sodium, le citrate de sodium, le tartrate de sodium, un sel de sodium d'acide polycarboxylique, un sel de potassium correspondant ou un mélange de ceux-ci. Le sel acide peut également être fourni par la présence d'un sel de métal alcalin à peu près neutre, par exemple le pyrophosphate de sodium, le chlorure de sodium, le sulfate de sodium ou un sel de potassium correspondant, en mélange avec une substance faiblement acide telle que l'acide citrique, l'acide tartrique, le bisulfite de sodium, etc..

De façon représentative, le sel acide de métal alcalin hydrosoluble représente environ de 60 à 99, et mieux, de 70 à 90 % du poids de la composition.

Il est préférable d'utiliser, à titre de détergent ou agent mouillant non-ionique, des détergents non-ioniques peu moussants de type condensats d'oxyde d'éthylène. Comme exemples de ceux-ci, on citera les produits de condensation de chlorure de benzyle et d'alcoyl phénol éthoxylé de formule:



dans laquelle R est une chaîne alcoyle de 6 à 12 atomes de carbone et X représente un nombre entier, de 12 à 20, d'atomes de carbone, des polyéthérésters de formule $(\text{ClC}_6\text{H}_4)_2\text{CHCO}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_x\text{R}$ dans laquelle x est un nombre entier de 4 à 20 et R est un groupe alcoyle inférieur ne contenant pas plus de quatre atomes de carbone, par exemple un composé de formule $(\text{ClC}_6\text{H}_4)_2\text{CHCO}_2(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{15}\text{CH}_3$, ainsi que les condensats polyoxyalcoylénés d'un alcoyl phénol, par exemple les éthers polyglycoliques d'alcoyl phénols contenant un groupe alcoyle d'au moins 6 et, habituellement, 8 à 20 atomes de carbone environ et présentant un rapport d'oxyde d'éthylène (nombre de groupes

éthénoxy par mole de condensat) d'environ 7,5, 8,5, 11,5, 20,5, 30, etc.. Le substituant alcoyle sur le noyau aromatique peut être de type di-isobutylène, diamyle, propylène polymérisé, isooctyle, nonyle, oléfine dimérisée en C₆-C₇, etc.. Parmi les autres produits de condensation avec le phénol on citera le β -naphtol alcoylé condensé avec 8 moles d'oxyde d'éthylène, le groupe alcoyle contenant de 6 à 8 atomes de carbone.

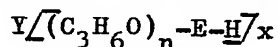
Comme autres détergents appropriés on citera les esters polyoxyalcéniques d'acides organiques, par exemple d'acides gras supérieurs, d'acides de la colophane, du tall oil, ou d'acides provenant de l'oxydation du pétrole, etc.. Les esters polyglycoliques contiennent habituellement d'environ 8 à 30 moles d'oxyde d'éthylène ou son équivalent et d'environ 8 à 22 atomes de carbone dans le groupe acyle. Comme exemples de produits appropriés, on citera le tall oil condensé avec 16 ou 20 groupes oxyde d'éthylène, ou des esters polyglycoliques similaires d'acide laurique, stéarique, oléique, etc..

Comme autres exemples de détergents non-ioniques appropriés on citera les condensats polyoxyalcoylénés d'amides d'acides gras supérieurs, par exemple d'amides primaires d'acides gras supérieurs et de mono- et diéthanolamides d'acides gras supérieurs. Un agent approprié est l'amide des acides gras de la noix de coco condensé avec environ 10 à 30 moles d'oxyde d'éthylène. De façon similaire, le groupe acyle gras contient environ 8 à 22 et, habituellement, 10 à 18 atomes de carbone dans chaque produit. On peut aussi, éventuellement, utiliser les sulfonamides correspondants.

On citera encore, comme exemples d'autres détergents non-ioniques appropriés de type polyéther, les éthers polyoxyalcoylénés d'alcools aliphatiques supérieurs. Les alcools appropriés sont ceux ayant un caractère hydrophobe et contenant, de préférence, 8 à 22 atomes de carbone. Comme exemples de ceux-ci, on citera les alcools iso-octylique, nonylique, décyclique, dodécyclique, tridécyclique, tétradécyclique, hexadécyclique, octadécyclique et oléylique qui peuvent être condensés avec une proportion appropriée d'oxyde d'éthylène, par exemple d'au moins environ 6 et, mieux, 10 à 30 moles. Un produit représentatif est l'alcool tridécyclique, préparé par le procédé Oxo, condensé avec environ 12, 15 ou 20 moles d'oxyde d'éthylène. Les alcoyl(sup.)mercaptans ou thioalcools correspondants, condensés avec l'oxyde d'éthylène, sont également utilisables dans les compositions

selon la présente invention.

Les condensats polyoxyéthylénés hydrosolubles avec des polymères polyoxypropylénés peuvent, de même, être utilisés dans des compositions selon l'invention. Le polymère polyoxypropyléné, qui est
5 préparé en condensant de l'oxyde de propylène avec un composé organique contenant au moins un hydrogène réactif, représente la portion hydrophobe de la molécule, présentant une hydroinsolubilité suffisante par elle-même à un poids moléculaire d'au moins 900 environ, par exemple d'environ 900 à 2400 et, mieux, d'environ 1200 à 1800. L'
10 addition ou condensation croissante d'oxyde d'éthylène sur un polymère polyoxypropyléné donné, insoluble dans l'eau, tend à faire croître son hydrosolubilité et à élever le point de fusion de sorte que les produits peuvent être hydrosolubles, et sous une forme physique normalement liquide, pâteuse ou solide. La quantité d'oxyde d'
15 éthylène varie suivant le poids moléculaire du motif hydrophobe, mais, habituellement, représente au moins 20 et, mieux, 40% environ du poids du produit. Avec une teneur en oxyde d'éthylène d'environ 40% et pouvant atteindre jusqu'à 50%, on obtient habituellement des produits normalement liquides, avec une teneur de plus de 50% des
20 produits cireux mous et, avec une teneur d'environ 70 à 90%, on peut obtenir des produits normalement solides qui peuvent éventuellement être préparés sous forme de paillettes. Ces condensats peuvent être désignés par les structures suivantes:



25 dans lesquelles Y est le reste d'un composé organique qui contient x atomes d'hydrogène actifs, n est un nombre entier, x est un nombre entier, les valeurs de n et x étant telles que le poids moléculaire du composé, à l'exclusion de E, est d'au moins 900, tel que déterminé par l'indice d'hydroxyle, E est une chaîne polyoxyéthylène
30 et constitue de 20 à 90% du composé, et H est l'hydrogène.

Il est préférable d'utiliser des composés du type qu'on vient de décrire ayant un poids moléculaire total d'environ 2000 à 10.000 et, mieux, d'environ 4000 à 8000. Comme exemple de substance appropriée, on citera un condensat ayant un poids moléculaire moyen représentatif d'environ 7500, le polypropylène glycol hydrophobe étant
35 condensé avec une proportion suffisante d'oxyde d'éthylène, jusqu'à obtention d'un produit hydrosoluble normalement solide ayant une teneur en oxyde d'éthylène d'environ 80 à 90% et un point de fusion

habituellement compris entre 51 et 64°C. Comme autre substance, on citera un condensat liquide ayant une teneur en oxyde d'éthylène de 40 à 50% et un poids moléculaire d'environ 5400.

Comme exemples d'autres agents mouillants appropriés, on citera 5 des substances anioniques peu moussantes telles que le phosphate acide de dodécyle, le naphthalène sulfonate de méthyle, le 2-acétamido-hexadécane-1-sulfonate de sodium et leurs mélanges. On peut également utiliser des mélanges des agents mouillants précités et, éventuellement, un additif réducteur de mousse peut être ajouté suivant 10 les besoins pour réduire au minimum la tendance à mousser de ces agents mouillants dans les conditions d'utilisation.

L'agent mouillant organique peut être utilisé dans la composition pour lavage de la vaisselle en une quantité d'environ 1 à 10% en poids et, mieux, d'environ 2 à 5%, au moins la moitié environ de 15 cette proportion étant constituée par un agent mouillant non-ionique. Il est préférable que l'agent mouillant utilisé soit caractérisé par une hauteur de mousse de moins d'environ 50 mm dans l'essai de coulée de mousse Ross-Miles décrit par Ross et Miles dans "Oil and Soap", mai 1941, pages 99 à 102.

20 La quantité d'enzyme amylolytique, obtenue à partir de pancréas d'animaux, utilisable pour la mise en oeuvre de la présente invention, est une quantité permettant de fournir à la composition une activité d'environ 150 à 15.000 unités Willstätter par kg; lorsqu'il s'agit d'une composition préparée aux fins d'utilisation dans le cycle 25 de lavage d'un lave-vaisselle automatique, l'enzyme peut fournir une activité d'environ 600 à 3000 unités Willstätter par kg et, lorsqu'il s'agit d'une composition particulièrement préparée pour être utilisée au cours du cycle de rinçage d'un lave-vaisselle automatique, l'enzyme peut de préférence fournir une activité d'environ 1500 à 9000 30 unités Willstätter par kg. Cela correspond notamment à une proportion pondérale d'amylase, dans la composition, d'environ 0,05 à 6% et, mieux, d'environ 0,2 à 1% lorsqu'elle est particulièrement préparée aux fins d'utilisation dans le cycle de lavage et, mieux, de 0,5 à 3% lorsqu'elle est particulièrement préparée aux fins d'utilisation 35 sation dans le cycle de rinçage.

L'activité protéolytique de la trypsine qui peut être utilisée pour la mise en oeuvre de la présente invention, particulièrement lorsque la composition est préparée pour être utilisée au cours du

cycle de lavage d'un lave-vaisselle automatique, fournit à la composition environ 0,5 à 20 et, mieux, environ 0,5 à 15 unités Willstätter par gramme. Cela peut correspondre à une quantité, en poids, d'environ 0,1 à 2% et, mieux, d'environ 0,1 à 1%, en poids, de tryptophane.

Outre les substances précitées, la composition selon l'invention peut contenir des constituants supplémentaires, qui sont souvent utilisés dans les compositions pour lavage automatique de la vaisselle, par exemple des agents abaissant le pouvoir moussant tels que des huiles de silicones, des agents de mise en suspension des salissures tels que la carboxyméthyl cellulose sodique, des solvants tels que l'éthanol, des hydrotropes tels que l'urée, des percomposés tels que le perborate de sodium encapsulés dans un acide gras tel que l'acide stéarique, des inhibiteurs de corrosion tels que le chlorure d'ammonium ou la mélamine, des agents séquestrants tels que le sel tétrasodique de l'acide éthylène diamine tétracétique, du parfum, des colorants, etc..

Le pH de la composition selon la présente invention est avantageusement compris entre 6 et 7, environ, à une dilution d'environ 1 à 3%, en poids.

Les exemples non limitatifs suivants sont donnés à titre d'illustration de l'invention. Sauf autre indication, toutes les quantités des divers ingrédients sont exprimées en poids.

Exemple 1

On congèle des pancréas frais de porcs à une température de -15°C, pendant 24 heures. Puis on désintègre 60 kg de ces pancréas à l'aide d'un hachoir domestique normal, en faisant passer la substance à travers un disque comportant des trous de 3 à 5 mm de diamètre. Puis on agite les pancréas désintégrés avec 133 litres d'éthanol (à 95%, en volume), empêchant ainsi l'émulsification. On ajoute ensuite 75 litres d'eau du robinet, afin de diluer l'éthanol à 50% en volume. On maintient ce lot dans un récipient fermé, à température ambiante, pendant 24 heures, puis on l'agite et le filtre. Les fibres de pancréas se trouvent dans le gâteau de filtre.

On traite l'extrait afin de recueillir l'alpha amylase des pancréas de porcs, en diluant à l'eau jusqu'à obtention d'un volume de 200 litres, en agitant pendant dix minutes puis en refroidissant à +5°C pendant trois heures.

On décante ensuite le liquide surnageant, et on filtre le reste. Le résidu sur le filtre est une substance pulvérisée brun pâle, qu'on peut sécher à l'air, obtenant ainsi 900 g d'alpha amylase très active ayant une activité de 10.000 unités Willstätter par g de substance.

Exemple 2

On mélange 30 g d'acide citrique avec 690 ml d'eau. On ajoute ensuite 10 g de carboxyméthyl cellulose sodique à la solution d'acide citrique, suivis de 250 g d'un copolymère bloc liquide de polyoxyéthylène et de polyoxypropylène ayant un poids moléculaire d'environ 12.500, avec 20% de polyoxyéthylène.

Puis on dissout 40 g d'alpha amylase (activité d'environ 300 unités Willstätter/g), préparée comme décrit à l'exemple 1, dans un litre d'eau, et on ajoute 20 ml de la solution aqueuse d'amylase à 4% ainsi obtenue à la solution de détergent non-ionique, carboxyméthylcellulose sodique et acide citrique décrite ci-dessus.

Après dilution à 1% en milieu aqueux, la composition décrite ci-dessus a un pH de 6,0. Elle est particulièrement efficace dans le cycle de rinçage des lave-vaisselle automatiques.

Exemple 3

On prépare une composition particulièrement efficace dans le cycle de lavage des lave-vaisselle automatiques en pulvérisant une partie d'un mélange 50/50 d'eau et d'un copolymère bloc de polyoxyéthylène et de polyoxypropylène, ayant un poids moléculaire d'environ et contenant environ 10% de polyoxyéthylène, sur 10 parties de pyrophosphate de sodium neutre. On ajoute ensuite 5 parties d'acide citrique, 10 parties de bicarbonate de sodium et 0,3 partie du mélange enzymatique décrit ci-dessous à 33 parties de la solution de détergent non-ionique et de pyrophosphate de sodium neutre. Puis on ajoute une quantité suffisante de sulfate de sodium pour faire 100 parties.

Après dilution à 1% dans l'eau, cette composition a un pH compris entre 6,0 et 6,8. Elle est particulièrement efficace dans le cycle de lavage des lave-vaisselle automatiques.

Le mélange enzymatique utilisé dans la composition de cet exemple contient une partie d'alpha amylase (activité de 300 unités Willstätter/g) de pancréas de porc préparée comme à l'exemple 1 et quatre parties de trypsine (activité de 400 unités Willstätter/g) obtenue

nue comme décrit dans la demande de brevet précitée, comme suit :
on mélange 60 kg de pancréas de porcs hachés avec 250 litres d'une
solution aqueuse d'éthanol à 25%, en agitant, puis on laisse reposer
pendant 15 heures à température ambiante. Puis on filtre le mélange
5 et on ajoute au filtrat 15 parties d'alcool butylique pour 100 parties, en poids, de filtrat. Puis on laisse le filtrat reposer pendant 15 heures, tandis qu'une couche limpide se forme. On sépare la couche limpide et on y ajoute un volume égal d'éthanol. Au bout d'encore 8 heures à 10°C, on obtient 750 g de précipité de trypsine
10 qu'on recueille par filtration.

Cette préparation de trypsine fournit, à la composition, une activité de 400 unités Willstätter par gramme.

Exemple 4

On utilise le produit particulièrement conçu pour le cycle de
15 rinçage d'un lave-vaisselle automatique, décrit à l'exemple 2, et le produit particulièrement conçu pour le cycle de lavage dans un lave-vaisselle, décrit à l'exemple 3, dans un lave-vaisselle allemand (Constructa) et dans un lave-vaisselle italien (Candy). Dans la machine Constructa, on utilise 2 g du produit de lavage et 0,4 g du
20 produit de rinçage par litre. Dans la machine Candy, on utilise 4 g du produit de lavage et 0,4 g du produit de rinçage par litre. On lave de la vaisselle et des verres, souillés suivant le procédé de la Commission Electrotechnique Internationale, et on exprime les
25 résultats obtenus en pourcentage d'efficacité.

Le pourcentage d'efficacité obtenu dans le lave-vaisselle Constructa est de 77 et, dans le lave-vaisselle Candy, de 68,4. Ces valeurs, obtenues avec des compositions enzymatiques acides à neutres
30 sont du même ordre de grandeur que les valeurs obtenues avec les diverses compositions alcalines pour le lavage de la vaisselle actuellement sur le marché. En outre, au bout du cycle de lavage de la vaisselle, la vaisselle et les verres sont éclatants, et les pièces de porcelaine fine et de verrerie ne sont pas endommagées et il n'y a
35 pas de corrosion des métaux. En outre, il n'apparaît pratiquement pas de mauvaise odeur au cours du processus de lavage de la vaisselle

REVENDICATIONS

1. Une composition pour le lavage automatique de la vaisselle, caractérisée en ce qu'elle comprend un sel acide de métal alcalin hydrosoluble, un détergent non-ionique et une amylase obtenue en
5 congelant des pancréas d'animaux, en broyant ces pancréas jusqu'à obtention de particules ayant un diamètre d'environ 1 à 10 mm, en agitant les particules de pancréas avec un alcool liquide de bas poids moléculaire, en diluant à l'eau jusqu'à une concentration en alcool d'environ 30 à 70% en poids, en agitant et en filtrant afin
10 de recueillir l'extrait, en diluant cet extrait à l'eau, en l'agitant, en le refroidissant à environ 0 à 5°C, obtenant ainsi de la poudre d'amylase et en séparant la poudre d'amylase ainsi obtenue, la composition ayant un pH d'environ 6 à 7 en solution à 1 à 3%, dans l'eau.
- 15 2. Une composition suivant la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient, en outre, une trypsine protéolytique obtenue en broyant finement des pancréas d'animaux, en mélangeant lesdits pancréas d'animaux avec de l'alcool méthylique ou éthylique, en traitant l'extrait ainsi obtenu par un solvant liquide approprié, inso-
20 luble dans l'eau, en précipitant l'enzyme ainsi obtenue, à partir de la couche limpide ainsi obtenue, à l'aide d'un solvant hydrosoluble, à une température inférieure à 10°C, et en recueillant l'enzyme.
3. Une composition suivant la revendication 1, caractérisée en ce que le sel acide de métal alcalin hydrosoluble est présent en une
25 quantité d'environ 60 à 99% en poids, et le détergent non-ionique est présent en une quantité d'environ 0,05 à 6% en poids.
4. Une composition suivant la revendication 3, caractérisée en ce que l'amylase est présente en une quantité d'environ 1,5 à 3%, en poids.
- 30 5. Une composition suivant la revendication 2, caractérisée en ce que le sel acide de métal alcalin hydrosoluble est présent en une quantité d'environ 60 à 90% en poids, le détergent non-ionique est présent en une quantité d'environ 1 à 10% en poids, l'amylase est présente en une quantité d'environ 0,2 à 1% en poids et la trypsine
35 protéolytique est présente en une quantité d'environ 0,02 à 1,8% en poids.
6. Un procédé de préparation de l'amylase, caractérisé en ce qu'on congèle des pancréas d'animaux, on broie ces pancréas en par-

THIS PAGE BLANK (USPTO)

70 31167

11

2102851

ticules ayant un diamètre d'environ 1 à 10 mm, on agite les particules de pancréas avec un alcool liquide de bas poids moléculaire, on dilue à l'eau jusqu'à obtention d'une concentration en alcool d'environ 30 à 70% en poids, on filtre afin de recueillir l'extract, 5 on dilue l'extract à l'eau, on l'agite, on le refroidit à environ 0 à 5°C, obtenant ainsi de la poudre d'amylase et on sépare la poudre d'amylase ainsi obtenue.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)